

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-279582

(43)Date of publication of application : 26.10.1993

(51)Int.Cl. C09B 55/00  
C07C205/11  
G03G 5/06  
G03G 5/06

(21)Application number : 04-121066

(71)Applicant : TOMOEGAWA PAPER CO LTD

(22)Date of filing : 16.04.1992

(72)Inventor : KOBAYASHI TATSUSHI  
TAKEDA MITSUO  
MATSUMOTO KEN

(30)Priority

Priority number : 04 56085

Priority date : 07.02.1992

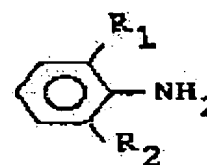
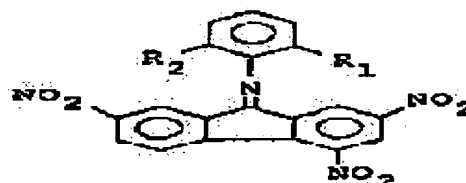
Priority country : JP

#### (54) FLUORENONE DERIVATIVE AND LAMINATED ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR MADE USING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a fluorenone deriv. having a structure represented by a specific formula, from which an electrophotographic photoreceptor high in potential of static electrification, retention of static electrification and sensitivity and low in residual potential can be formed.

CONSTITUTION: This fluorenone deriv. is represented by formula I (R1 is alkyl, alkoxy, or haloalkyl; and R2 is H, alkyl, alkoxy, or haloalkyl). A charge generation layer and a charge transfer layer contg. the compd. of the formula I are provided on an electroconductive support to obtain a laminated electrophotographic photoreceptor. Pref. is a method wherein an X type metal-free phthalocyanine compd. is used as the charge-generating material while the amt. of the phthalocyanine compd. to be used in the charge 2 generation layer is 0.01 to 1.0g/m<sup>2</sup>. The use of the compd. of the formula I improves the solubility as a problem with a charge-transferring material of electron transportation type to enable a high-sensitivity electrophotographic photoreceptor to be provided. The compd. of the formula I is prepd. by reacting 2,4,7- trinitrofluorenone with a compd. of formula II (R1 and R2 are as defined above).



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.06.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2587748

[Date of registration] 05.12.1996

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-279582

(43)公開日 平成5年(1993)10月26日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 9 B 55/00		A 8619-4H		
C 0 7 C 205/11		6917-4H		
G 0 3 G 5/06	3 1 4 B	8305-2H		
	3 7 1	8305-2H		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 8 頁)

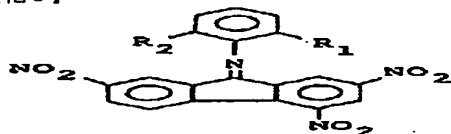
(21)出願番号	特願平4-121066	(71)出願人	000153591 株式会社巴川製紙所 東京都中央区京橋1丁目5番15号
(22)出願日	平成4年(1992)4月16日	(72)発明者	小林 辰志 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社 巴川製紙所技術研究所内
(31)優先権主張番号	特願平4-56085	(72)発明者	武田 光雄 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社 巴川製紙所技術研究所内
(32)優先日	平4(1992)2月7日	(72)発明者	松本 建 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社 巴川製紙所技術研究所内
(33)優先権主張国	日本(JP)	(74)代理人	弁理士 高橋 淳一

(54)【発明の名称】 フルオレノン誘導体及びそれを用いた積層型電子写真感光体

(57)【要約】

【構成】 一般式

【化5】



(I)

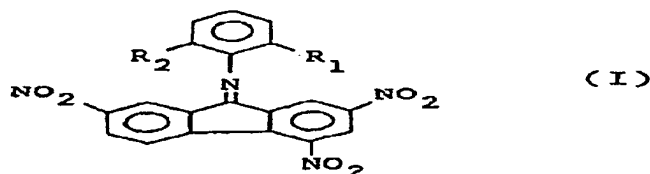
(式中R<sub>1</sub> はアルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基、R<sub>2</sub> 水素原子、アルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基を示す) で表される電子輸送用電荷移動材。

【効果】 電荷移動層中に一般式(I)の電子輸送用電荷移動材を含有する電子写真感光体は、帯電電位及び帯電保持率が高く、かつ高感度であり、残留電位が少ない。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】 一般式

## 【化 1】



(式中 R<sub>1</sub> はアルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基、R<sub>2</sub> は水素原子、アルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基を示す) で表されるフルオレノン誘導体。

【請求項 2】 導電性支持体上に電荷発生層及び一般式 (I) の化合物を含有する電荷移動層を設けたことを特徴とする積層型電子写真感光体。

【請求項 3】 電荷発生層に含まれる電荷発生材として X 型無金属フタロシアニン化合物を用い、電荷発生層中のフタロシアニン化合物の塗布量が 0.01~1.0 g/m<sup>2</sup> であることを特徴とする請求項 2 の積層型電子写真感光体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、新規なフルオレノン誘導体及びそれを電荷移動材として用いた積層型電子写真感光体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、電子写真プロセス等に用いられる感光体材料としては、セレン、酸化亜鉛、酸化カドミウム等を主体とした無機系の光導電材料が使用されていた。しかしながら、これらの材料は熱安定性や耐久性などの点で必ずしも満足できるものではなく、更に毒性を有するために取扱い上の問題があった。一方、有機光導電材料を用いた感光体は製造が比較的容易で、コストが安く、取扱いが容易であること、また熱安定性に優れていること等で近年注目されてきた。特に電荷生成層と電

荷移動層をもつ機能分離型の積層型有機感光体についての研究が大いに進められている。この場合、電荷生成層に含まれる電荷生成材としては、アゾ顔料、フタロシアニン化合物、アントラキノン化合物、ペリレン顔料、シアニン色素、チオピリリウム色素等が、電荷移動層に含まれる電荷移動材としては、アミン誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、トリフェニルメタン誘導体、スチリル化合物等が知られている。

【0003】 しかしながら、これらの電荷移動材は全てが正孔輸送型であるため、これらの材料を用いる積層型の感光体で負帯電型の有機感光体にならざるを得ない。負帯電型ではオゾンの発生量も多く、電荷移動材が発生したオゾンにより劣化を招き、繰り返し特性及び耐刷性

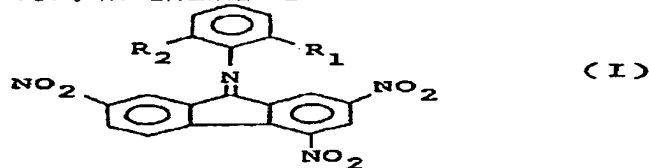
## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記の電子輸送型の電荷移動材の問題点である溶解性を改良し、高感度な電子写真感光体を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らはトリニトロフルオレノンの溶解性を改良するために鋭意研究した結果、本発明を完成するに至った。本発明は、一般式

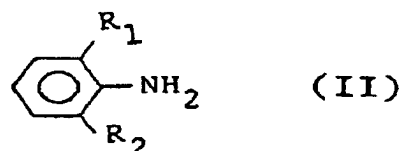
## 【化 2】



(式中 R<sub>1</sub> はアルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基、R<sub>2</sub> は水素原子、アルキル基、アルコキシ基又はハロゲン化アルキル基を示す) で表されるフルオレノン誘導体である。一般式 (I) の化合物の置換基 R<sub>1</sub> 及び R<sub>2</sub> のためのアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などがあげられる。アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基など、ハロゲン化アルキル基としては、トリフルオロメチル基などがあげられる。

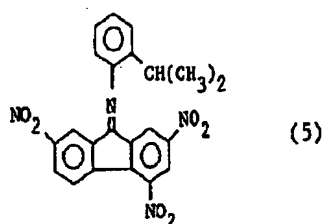
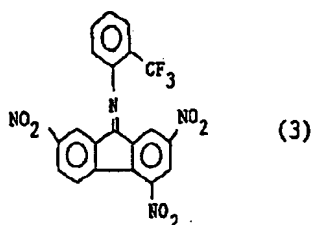
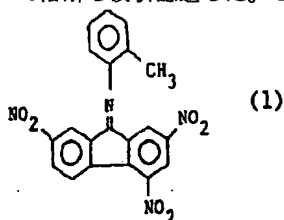
【0006】 一般式 (I) のフルオレノン誘導体は、2, 4, 7-トリニトロフルオレンを一般式 (II)

## 【化 3】



(式中のR<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>は前記の意味を有する)で表される化合物と反応させることにより得られる。

【0007】反応は例えば塩化亜鉛、無水塩化アルミニウム、酢酸、フェノール等の酸性触媒の存在下で行われ生成物を得る。反応温度は100℃ないし反応混合物の沸騰温度、好ましくは150～230℃である。その後、該生成物をクロロホルムで溶解し吸引濾過した。こ



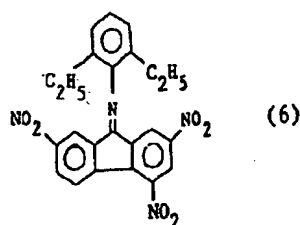
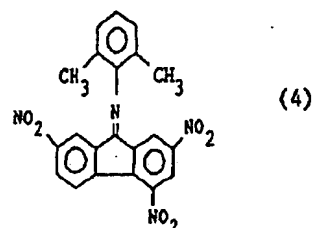
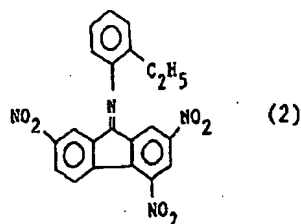
【0008】以上の如くして得られた本発明の一般式(I)からなるフルオレノン誘導体は電子写真感光体における電子輸送型電荷移動材として優れた性質を有するものである。次に本発明のフルオレノン誘導体を用いた電子写真感光体について説明する。本発明の電子写真感光体は導電性支持体上に感光層を形成させるもので、必要に応じて導電性支持体と感光層の間に下引き層を設けることも可能である。本発明に用いられる導電性支持体としては、例えばアルミニウム、ニッケル、真ちゅう、銅などの金属シートあるいは金属円筒が使用できる。また、例えばアルミニウムの如き金属を表面に蒸着あるいは金属箔を表面に接着したポリエステル等のフィルム、紙、合成紙、不織布等のシート状物も用いることができる。

【0009】上記の如き導電性支持体と感光層の間に必

の濾液を濃縮し、カラムクロマトグラフィなどの方法で単離、精製することにより本発明のフルオレノン誘導体を得ることができる。このような方法で以下の構造式

(1)～構造式(6)からなるフルオレノン誘導体を合成した。

【化4】



要に応じて設けられる下引き層には、例えばカゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール、ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂、セルロース誘導体等が使用される。下引き層の厚さは0.1～5μmが好ましい。電荷発生層に用いられる電荷発生材としては、X型無金属フタロシアニン化合物が好ましい。そのほかビスアゾ系顔料、トリスアゾ系顔料、ペリレン系顔料、キナクリドン系顔料、酸化亜鉛等を電荷発生材として用いることもできる。電荷発生層中のX型無金属フタロシアニン化合物の塗布量は、0.01～1.0g/m<sup>2</sup>とすることが好ましい。該塗布量をこの範囲内にすることにより、帯電電位、帯電保持率、光感度および残留電位をより良好な状態に維持することができる。

【0010】電荷発生層は電荷発生材と適当な結着剤、例えばポリビニルブチラール、ポリエステル、ポリメ

チルメタクリレート、ポリスチレン、ポリカーボネート等とを有機溶媒に分散、溶解して、塗工液とし、これをバーコート、スピンコート、ディップコート等の方法で導電性支持体上あるいは下引き層の上に塗布することによって形成される。電荷発生層の厚さは0.1~5 $\mu$ mが好ましい。また電荷発生材を真空蒸着したり、スパッタリングをして薄膜の電荷発生層を形成する事も可能である。この場合の電荷発生層の厚さは0.01~0.5 $\mu$ m程度が好ましい。電荷移動層については本発明の一般式(1)のフルオレノン誘導体を適当な結着剤溶液に溶解させて塗布される。

【0011】電荷移動材とともに使用される結着剤としては、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ塩化ビニール、ポリメタクリレート、ポリビニールアセテート、シリコン樹脂、塩化ビニール-酢酸ビニール共重合体樹脂、エポキシ樹脂等が適している。結着剤を溶解する有機溶剤としては、トルエン、メチルエチルケトン、エチレンクロライド、クロルベンゼン、酢酸エチル等が使用できる。電荷移動層の厚さは10~40 $\mu$ m、好ましくは15~30 $\mu$ mである。

#### 【0012】

【実施例】次に本発明を実施例及び比較例を用いて説明する。

#### 実施例1

##### 元素分析値

	C	H	N
測定値 (%)	59.98	2.95	13.44
理論値 (%)	59.41	2.99	13.86

#### 【0014】実施例2

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2-エチルアニリン〔前記構造式(2)〕の合成  
2-エチルアニリン1.2g、2,4,7-トリニトロフルオレノン1.6g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ6時間、175~180℃に加熱した。その後、生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし吸引濾過した。濾液をロータリーエバポレーターを用いて濃縮しシリカゲル・クロロホルムカラムクロマトグラフィーで本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物1.5g(収率73%)として得た。分子量は質量分析(EI-MS)で確認した( $m/z$  418( $M^+$ ))。

【0015】融点は168.0~170.0℃であり、

##### 元素分析値

	C	H	N
測定値 (%)	59.56	3.24	12.75
理論値 (%)	60.29	3.37	13.39

#### 【0016】実施例3

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2-トリフルオロメチルアニリン〔前記構造式(3)〕の合成  
o-アミノベンズトリフルオリド1.6g、2,4,7-

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2-メチルアニリン〔前記構造式(1)〕の合成

2-メチルアニリン2.1g、2,4,7-トリニトロフルオレノン3.2g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ、3時間165~170℃に加熱した。その後、生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし吸引濾過した。濾液をロータリーエバポレーターを用いて濃縮し、シリカゲル・クロロホルムカラムクロマトグラフィーで本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物3.5g(収率88%)として単離した。分子量は質量分析(EI-MS)で確認した( $m/z$  404( $M^+$ ))。

【0013】融点は184~186℃であり、核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR ( $CDCl_3$ ))の測定結果は次のとおりであった。 $\delta$  2.18(s, 3H), 6.84(d,  $J=7.6$  Hz, 1H), 7.30-7.34(m, 2H), 7.42(d,  $J=7.6$  Hz, 1H), 7.66(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 8.31(d,  $J=8.6$  Hz, 1H), 8.38(dd,  $J=8.6$  and 2.1 Hz, 1H), 8.97(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 9.16(d,  $J=2.1$  Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記のとおりであった。

核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR ( $CDCl_3$ ))の測定結果は下記のとおりである。 $\delta$  1.13(t,  $J=7.3$  Hz, 3H), 2.55(q,  $J=7.3$  Hz, 2H), 6.78(d,  $J=6.7$  Hz, 1H), 7.32-7.36(m, 2H), 7.45(d,  $J=6.7$  Hz, 1H), 7.67(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 8.30(d,  $J=8.5$  Hz, 1H), 8.37(dd,  $J=8.5$  and 1.8 Hz, 1H), 8.97(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 9.14(d,  $J=1.8$  Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記のとおりであった。

トリニトロフルオレノン1.6g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ、6時間、175~180℃に加熱した。その後、生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし吸引濾過した。濾液をロータリーエバポレーターを用いて濃縮し、シリカゲル・クロロホルムカラムクロ



マトグラフィーで本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物0.6g(収率28%)として得た。分子量は質量分析(EI-MS)で確認した( $m/z$  458( $M^+$ ))。

【0017】融点は154~157.0℃であり、核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR( $CDCl_3$ ))の測定結果は次のとおりであった。 $\delta$  6.98(d,  $J=7.8$  Hz, 1H), 7.44(d,  $J=1.8$  Hz, 1

#### 元素分析値

	C
測定値(%)	52.82
理論値(%)	52.41

#### 【0018】実施例4

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2,6-ジメチルアニリン〔前記構造式(4)〕の合成  
2,6-ジメチルアニリン1.2g、2,4,7-トリニトロフルオレノン1.6g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ、3時間175~180℃に加熱した。その後、生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし吸引濾過した。濾液をロータリーエバポレーターを用いて濃縮し、シリカゲルクロロホルムカラムクロマトグラフィーで本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物0.8g(収率40%)として単離した。分子量は質量分析(EI-MS)で確認した。 $(m/z$  418( $M^+$ ))

	C
測定値(%)	59.54
理論値(%)	60.29

#### 【0020】実施例5

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2-イソプロピルアニリン〔前記構造式(5)〕の合成  
2-イソプロピルアニリン2.7g、2,4,7-トリニトロフルオレノン3.2g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ4時間160~165℃に加熱した。その後生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし吸引濾過した。濾液をロータリーエバポレーターを用いて濃縮し、シリカゲルクロロホルムカラムクロマトグラフィーで本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物3.8g(収率87%)として単離した。

【0021】分子量は質量分析(EI-MS)で確認した。 $(m/z$  432( $M^+$ ))

	C
測定値(%)	62.07
理論値(%)	61.11

#### 【0022】実施例6

N-(2,4,7-トリニトロフルオレニリデン)-2,6-ジエチルアニリン〔前記構造式(6)〕の合成  
2,6-ジエチルアニリン1.5g、2,4,7-トリニトロフルオレノン1.6g及び塩化亜鉛0.1gを反応容器に入れ2時間165~170℃に加熱した。その後生成物を約200mlのクロロホルムに溶かし、吸引濾過した。濾液をシリカゲルクロロホルムカラムクロマ

H), 7.50(t,  $J=7.8$  Hz, 1H), 7.70(t,  $J=7.8$  Hz, 1H), 7.89(d,  $J=7.8$  Hz, 1H), 8.33(d,  $J=8.7$  Hz, 1H), 8.40(dd,  $J=8.7$  and  $1.8$  Hz, 1H), 8.99(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 9.10(d,  $J=1.8$  Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記の通りであった。

	H	N
測定値(%)	2.01	12.04
理論値(%)	1.98	12.23

I-MS)で確認した。 $(m/z$  418( $M^+$ ))

【0019】融点は192.0~194.0℃であり、核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR( $CDCl_3$ ))は次の通りである。 $\delta$  2.03(s, 6H), 7.21-7.26(m, 3H), 7.46(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 8.31(d,  $J=8.6$  Hz, 1H), 8.39(dd,  $J=8.6$  and  $1.8$  Hz, 1H), 8.98(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), and 9.21(d,  $J=1.8$  Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記の通りであった。

	H	N
測定値(%)	2.89	13.06
理論値(%)	3.37	13.39

融点は184.0~186.0℃であり、核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR( $CDCl_3$ ))は次の通りである。 $\delta$  1.17(d,  $J=7.3$  Hz, 6H), 3.02-3.10(m, 1H), 6.74(d,  $J=8.2$  Hz, 1H), 7.29(t,  $J=8.2$  Hz, 1H), 7.39(t,  $J=8.2$  Hz, 1H), 7.52(d,  $J=8.2$  Hz, 1H), 7.77(d,  $J=1.8$  Hz, 1H), 8.31(d,  $J=8.6$  Hz, 1H), 8.37(dd,  $J=8.6$  and  $2.3$  Hz, 1H), 8.97(d,  $J=1.8$  Hz, 1H) and 9.14(d,  $J=2.3$  Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記の通りであった。

	H	N
測定値(%)	3.29	12.99
理論値(%)	3.73	12.96

マトグラフィーで分取し、濃縮後エタノールクロロホルム(3:1)溶液で再結晶させ本発明のフルオレノン誘導体を粒状固形物0.9g(収率42%)として得た。分子量は質量分析(EI-MS)で確認した。 $(m/z$  446( $M^+$ ))

【0023】融点は159.0~160.0℃であり、核磁気共鳴スペクトル( $^1H$  NMR( $CDCl_3$ ))は次の通りである。 $\delta$  1.07(t,  $J=7.3$  Hz, 1

H), 2.35 (q, J=7.3 Hz, 4H), 7.26-7.29 (m, 3H), 7.42 (d, J=2.1 Hz, 1H), 8.31 (d, J=8.6 Hz, 1H), 8.37 (dd, J=8.6 and 2.1 Hz,

C

測定値 (%) 61.99

理論値 (%) 61.88

## 【0024】比較例1

市販品の2, 4, 7-トリニトロフルオレノンについてクロロホルムに対する溶解度を調査した。

## 比較例2

実施例3のo-アミノベンズトリフルオリドの代わりにm-アミノベンズトリフルオリドを用い、加熱時間、温度を1.5時間、185~190℃に替えた他は実施例3と同様に、N-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-3-トリフルオロメチルアニリンを合成し、クロロホルムに対する溶解度を調査した。比較例3

実施例3のo-アミノベンズトリフルオリドの代わりにp-アミノベンズトリフルオリドを用い、加熱時間、温度を5時間、190~195℃に替えた他は実施例3と同様にN-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-4-トリフルオロメチルアニリンを合成し、クロロホルムに対する溶解度を調査した。

## 【0025】比較例4

実施例6の2, 6-ジエチルアニリンの代わりに3, 5-ビス(トリフルオロメチル)アニリン2.9gを用い、2, 4, 7-トリニトロフルオレノンを2.0gとし、加熱時間温度を2時間200~205℃に加熱した以外は実施例6と同様にN-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-3, 5-ビス(トリフルオロメチル)アニリンを合成し、クロロホルムに対する溶解度を調査した。実施例1~6及び比較例1~4の化合物のクロロホルムに対する溶解度(25℃)を表1に示す。表1から明らかなとおり本発明によるフルオレノン誘導体はクロロホルムに対する溶解度が大きいので電荷移動層に主として使用される塩素系の溶剤との溶解性が良好であ

X型無金属フタロシアニン顔料

2重量部

ポリビニルブチラール(電気化学工業社製 #4000-1)

1重量部

ジクロルエタン

97重量部

【0028】次に以下の要領で電荷移動層の塗工液を作

構造式(1)の化合物

10重量部

ポリカーボネート(パンライトL1250 帝人化成社製)

10重量部

ジクロルエタン

80重量部

上記組成物を混合溶解して、電荷移動層の塗工液とした。この塗工液を電荷発生層の上に塗布し、同様の乾燥をして厚さ20μmの電荷移動層を作成し、本発明の電子写真感光体を得た。この電子写真感光体の電子写真特性を川口電機社製エレクトロスタティックペーパーアナライザーEPA8100型を用いて測定した。その結果

1H), 8.98 (d, J=2.1 Hz, 1H), and 9.20 (d, J=2.1 Hz, 1H); 元素分析装置(カルロエルバ社 EA-1108)による元素分析値と構造式に基づいた理論値は下記の通りであった。

H

N

3.97 12.47

4.66 12.55

り、結着樹脂のポリカーボネート樹脂との相溶性が向上する。

## 【0026】

## 【表1】

表 1

	溶解度 (w%)
実施例1	12.17
" 2	25.29
" 3	22.82
" 4	19.59
" 5	18.90
" 6	37.15
比較例1	2.85
" 2	1.16
" 3	2.01
" 4	3.38

## 【0027】実施例7

アルミニウム蒸着された厚さ100μmのポリエステルフィルム上に、カゼインを乾燥後の膜厚が2μmになるよう塗布し下引き層を設けた。該下引き層上に下記組成よりなり、ガラスビースを用いた分散装置により1時間分散して作成した塗液を塗布し、60℃にて10分間乾燥後、更に50℃で3時間真空乾燥して厚さ0.5μm(フタロシアニンの塗布量は0.33g/m<sup>2</sup>)の電荷発生層を設けた。

を表2に示す。測定項目及び条件は下記の通りである。

## 【0029】〔測定項目〕

V<sub>o</sub> : 帯電初期表面電位 (V)

DDR : 帯電終了から2秒後の電位保持率 (%)

E<sub>1/2</sub> : 半減露光量 (μJ/cm<sup>2</sup>)V<sub>R</sub> : 露光開始から1.5秒後の残留電位 (V)

## 〔測定条件〕

- ①測定モード : スタティックモード  
 ②コロナ放電電圧 : +6KV  
 ③感光体帯電速度 : 167mm/sec  
 ④露光波長 : 780nm  
 ⑤露光光量 : 1μW/cm<sup>2</sup>

## 【0030】実施例8

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに構造式(2)の化合物を用いた他は実施例7と同様に電子写真感光体を得、評価を行った。結果を表2に示す。

## 実施例9

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに構造式(3)の化合物を用いた他は実施例7と同様に電子写真感光体を得、評価を行った。結果を表2に示す。

## 実施例10

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに構造式(4)の化合物を用いた他は実施例7と同様に電子写真感光体を得、評価を行った。結果を表2に示す。

## 実施例11

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに構造式(5)の化合物を用いた他は実施例7と同様に電子写真感光体を得、評価を行った。結果を表2に示す。

## 実施例12

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに構造式(6)の化合物を用いた他は、実施例7と同様に電子写真感光体を得、評価を行った。結果を表2に示す。

## 【0031】比較例5

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに2, 4, 7-トリニトロフルオレノンを用いた他は実施例7と同様

に電荷移動層の塗液を作成したが、2, 4, 7-トリニトロフルオレノンはほとんど溶解せず残留したままで、塗液を作成することができなかった。

## 比較例6

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに比較例2で合成したN-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-3-トリフルオロメチルアニリンを用いた他は実施例7と同様に電荷移動層の塗液を作成したが、N-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-3-トリフルオロメチルアニリンが溶解せず粒状の残留物が存在し、塗液を作成することができなかった。

## 【0032】比較例7

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに比較例3で合成したN-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-4-トリフルオロメチルアニリンを用いた他は実施例7と同様に電荷移動層の塗液を作成したが、N-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-4-トリフルオロメチルアニリンが溶解せず、粒状の残留物が存在し、塗液を作成することができなかった。

## 【0033】比較例8

実施例7の構造式(1)の化合物の代わりに比較例4のN-(2, 4, 7-トリニトロフルオレニリデン)-3, 5-ビス(トリフルオロメチル)アニリンを用いた他は実施例4と同様に電荷移動層の塗液を作成したが、上記化合物が溶解せず、粒状の残留物が存在し、塗液を作成することができなかった。

## 【0034】

## 【表2】

## 初期電子写真特性

	V <sub>0</sub> (V)	DDR (%)	E <sub>1/2</sub> (μJ/cm <sup>2</sup> )	V <sub>r</sub> (V)
実施例 7	722	94	0.47	71
" 8	675	94	0.47	87
" 9	735	95	0.58	100
" 10	610	95	0.32	50
" 11	590	93	0.31	40
" 12	670	94	0.31	60

表1及び表2の結果より本発明の電荷移動材が溶解性に優れ、又本発明の感光体は帯電電位、感度、残留電位とも優れた特性を示すことがわかる。

## 【0035】実施例13~15

実施例7と同様にして、乾燥後の塗布量がそれぞれ0.3g/m<sup>2</sup> (フタロシアニンの塗布量0.2g/m<sup>2</sup>)、0.9g/m<sup>2</sup> (フタロシアニンの塗布量0.6g/m<sup>2</sup>)及び1.5g/m<sup>2</sup> (フタロシアニンの塗布量1.0g/m<sup>2</sup>)の電荷発生層を作成した。次に構造

式(1)の化合物に代えて構造式(3)の化合物を用い、その他は実施例7と同様にして電荷移動層を作成した。

## 【0036】実施例16及び17

電荷発生層用塗液の配合を以下の組成にし、塗布量が0.1g/m<sup>2</sup> (フタロシアニンの塗布量0.05g/m<sup>2</sup>)及び1.0g/m<sup>2</sup> (フタロシアニンの塗布量0.5g/m<sup>2</sup>)の電荷発生層を作成した。

X型無金属フタロシアニン 1重量部  
 ポリビニルピチラール（電気化学工業社製 #4000~1） 1重量部  
 ジクロルエタン 98重量部

次に構造式（1）の化合物に代えて構造式（2）の化合物を用い、その他は実施例7と同様にして電荷移動層を作成した。

【0037】実施例14

X型無金属フタロシアニン 0.5重量部  
 ポリビニルピチラール（電気化学工業社製 #4000~1） 1.5重量部  
 ジクロルエタン 98.0重量部

【0038】実施例19及び20

電荷発生層として、X型無金属フタロシアニンを真空蒸着し、塗布量を $0.01\text{ g/m}^2$ （フタロシアニンの塗布量 $0.01\text{ g/m}^2$ ）及び $0.05\text{ g/m}^2$ （フタロシアニンの塗布量 $0.05\text{ g/m}^2$ ）とし、電荷移動材として構造式（1）の化合物に代えて構造式（5）の化

電荷発生層用塗液の配合を以下の組成とし、塗布量を $0.08\text{ g/m}^2$ （フタロシアニンの塗布量 $0.02\text{ g/m}^2$ ）にした以外は実施例16と同様にして電子写真感光体を作成した。

合物を用い、その他は実施例1と同様にして電子写真感光体を作成した。実施例13~20の電子写真感光体の電子写真特性を表3に示す。

【0039】

【表3】

電 子 写 真 特 性

	塗布量 ( $\text{g/m}^2$ )		電 子 写 真 特 性			
	電荷発生層	フタロシアニン	$V_0$ (V)	DDR (%)	$E_{1/2}$ ( $\mu\text{J/cm}^2$ )	$V_R$ (V)
実施例13	0.3	0.2	740	95	0.58	100
" 14	0.9	0.6	700	93	0.54	80
" 15	1.5	1.0	650	90	0.50	60
" 16	0.1	0.05	800	98	0.70	150
" 17	1.0	0.5	600	91	0.40	50
" 18	0.08	0.02	860	98	0.75	160
" 19	0.01	0.01	750	96	0.55	100
" 20	0.05	0.05	680	93	0.40	50

【0040】

【発明の効果】本発明の電荷移動材は優れた溶解性を持ち、エレクトロン輸送用として充分優れた特性を具備しすなわち本発明の電子写真感光体は帯電電位も高く帯電

保持率も高く、かつ高感度にして残留電位が少なく正帯電用電子写真感光体として使用できる作用効果を奏するものである。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**